



SÍNTESE EM ESCALA PILOTO DO SISTEMA $Zn_{1-x}Ca_xFe_2O_4$ VISANDO APLICAÇÕES NA CATÁLISE HETEROGÊNA: EFEITO DA DOPAGEM COM CÁLCIO – PARTE II.

Sarah Renally Almeida Pontes Araujo¹, Elvia Leal²

RESUMO

Muitas áreas de pesquisas têm desenvolvido grande interesse nas nanopartículas das ferritas tipo espinélio $ZnFe_2O_4$ e $CaFe_2O_4$, algumas delas são a catálise heterogênea e biomateriais, em particular pela característica magnética, devido ao seu comportamento superparamagnético à temperatura ambiente. Concentrando-se em melhorar as propriedades magnéticas, diferentes métodos de síntese e substituição por dopagem são testados para reduzir o tamanho das partículas e diversificar a distribuição de cátions nos sítios do espinélio. Este projeto, portanto, teve o objetivo de dar continuidade ao projeto anterior, focando nas propriedades estrutural, textural e magnética das ferritas $ZnFe_2O_4$ (FZn), $Zn_{0,5}Ca_{0,5}Fe_2O_4$ (FZnCa) e $CaFe_2O_4$ (FCa) sintetizados pelo método de reação de combustão, e avaliando-as como catalisador heterogêneo na produção de biodiesel. Para esse fim, as ferritas foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), análise textural (BET/BJH), e caracterização magnética (VSM). Os biodieseis foram avaliados por cromatografia gasosa. As ferritas sintetizadas apresentaram como fase majoritárias as ferritas $ZnFe_2O_4$ e $CaFe_2O_4$, seguidas das fases segregadas de Fe_2O_3 , ZnO , $Ca_2Fe_2O_5$ e/ou CaO_2 . Todas as ferritas apresentaram característica nanométrica com tamanhos de cristalito variando de 31,88 a 44,68 nm. O maior valor de área superficial foi de 34,104 m²/g referente a ferrita FZn. Todas as amostras apresentaram comportamento ferrimagnético mole, com magnetização de saturação máxima de 18,705 emu/g obtida pela ferrita FZnCa. As ferritas apresentaram melhor comportamento catalítico nas reações de esterificação do óleo de fritura, alcançando uma conversão em ésteres metílicos de 95,11% para o catalisador FZn. Logo, pequenas alterações nas condições reacionais de produção de biodiesel, poderá otimizar o desempenho destas ferritas como catalisadores nas reações de esterificação do óleo de fritura e transesterificação do óleo de soja.

Palavras-chave: Ferritas; Reação de combustão; biodiesel; Dopagem; Caracterização; Catálise heterogênea.

¹Aluna do Curso de Engenharia Química, Unidade Acadêmica de Engenharia Química, UFCG, Campina Grande, PB, e-mail: sarahrenally@gmail.com

²Doutora, Pesquisadora PNPd/CAPES, Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais, UFCG, Campina Grande, PB, e-mail: elvialeal@gmail.com



***PILOT-SCALE SYNTHESIS OF $Zn_{1-x}Ca_xFe_2O_4$ SYSTEM AIMING
APPLICATIONS IN THE HETEROGENEOUS CATALYSIS: EFFECTS OF
CALCIUM DOPING – PART 2***

ABSTRACT

Many areas of research have developed great interest in nanoparticles of spinel type ferrites $ZnFe_2O_4$ and $CaFe_2O_4$, some of them are heterogeneous catalysis and biomaterials, in particular for the magnetic characteristic, due to their superparamagnetic behavior at room temperature. Focusing on improving magnetic properties, different synthesis and doping substitution methods are tested to reduce particle size and diversify the distribution of cations at spinel sites. This project, therefore, aimed to continue the previous project, focusing on the structural, textural and magnetic properties of $ZnFe_2O_4$ (FZn), $Zn_{0.5}Ca_{0.5}Fe_2O_4$ (FZnCa) and $CaFe_2O_4$ (FCa) ferrites synthesized by the combustion reaction method, and evaluating them as a heterogeneous catalyst in biodiesel production. To this end, the ferrites were characterized by X-ray diffraction (XRD), textural analysis (BET/BJH), and magnetic characterization (VSM). Biodiesels were evaluated by gas chromatography. The synthesized ferrites presented as majority phase the $ZnFe_2O_4$ and $CaFe_2O_4$ ferrites, followed by the segregated phases of Fe_2O_3 , ZnO, $Ca_2Fe_2O_5$ and/or CaO_2 . All ferrites showed nanometric characteristics with crystallite sizes ranging from 31.88 to 44.68 nm. The highest surface area value was 34.104 m²/g referring to FZn ferrite. All samples exhibited soft ferrimagnetic behavior, with maximum saturation magnetization of 18.705 emu/g obtained by FZnCa ferrite. Ferrites showed better catalytic behavior in the frying oil esterification reactions, reaching a conversion into methyl esters of 95.11% for the FZn catalyst. Therefore, small changes in the reaction conditions of biodiesel production can optimize the performance of these ferrites as catalysts in the frying oil esterification and soybean oil transesterification reactions.

Keywords: Ferrites; Combustion reaction; biodiesel; Doping; Characterization; Heterogeneous catalysis.